

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
6. Dezember 2001 (06.12.2001)

PCT

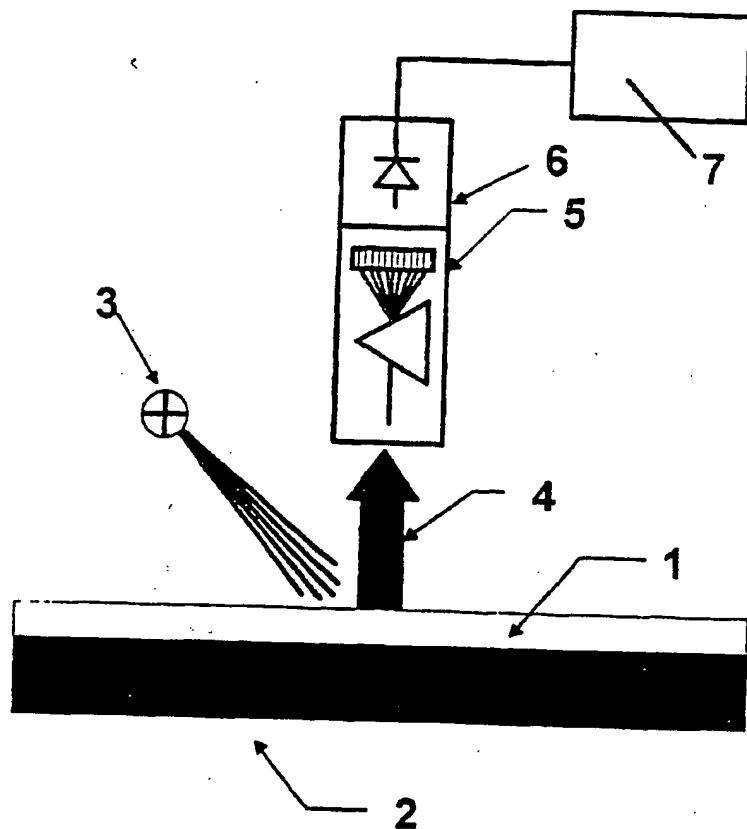
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/92820 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation?: G01B 11/06, (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): INFRAALYTIC GMBH [DE/DE]; Oststrasse 1, 48341 Altenberge (DE).
G01N 21/27
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/06070 (72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): HUTH-FEHRE, Thomas [DE/DE]; Am Eschhuesbach 24, 48341 Altenberge (DE). FREITAG, Holger [DE/DE]; Besselweg 232, 48149 Münster (DE).
- (22) Internationales Anmeldedatum: 28. Mai 2001 (28.05.2001)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch (74) Anwalt: PFENNING, MEINIG & PARTNER GBR; Kurfürstendamm 170, 10707 Berlin (DE).
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR.
- (30) Angaben zur Priorität: 100 26 282.1 26. Mai 2000 (26.05.2000) DE

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR DETERMINING THE THICKNESS OF TRANSPARENT ORGANIC LAYERS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR BESTIMMUNG DER DICKE VON TRANSPARENTEN ORGANISCHEN SCHICHTEN



(57) Abstract: The invention relates to a method for determining the thickness of a transparent organic layer, e.g. a layer of oil, on a surface, e.g. steel. The coated surface is illuminated with radiation which excites the organic molecules in the layer to be measured into fundamental vibration. The back-scattered radiation is spectrally selectively detected in different wavelength ranges and the thickness of the organic layer is determined taking into account the radiation that is detected and the absorption spectrum of its molecules. The back-scattered radiation is measured in at least two wavelength ranges outside of the absorption wavelength range of the organic molecules but neighbouring this wavelength range, and a function taking into account the uncoated surface is determined according to these measurements. The extinction of the layer is established using the radiation detected inside the absorption wavelength range and the function taking into account the uncoated surface and the layer thickness is determined based on this extinction.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

Verfahren und Vorrichtung zur Bestimmung der Dicke
von transparenten organischen Schichten

5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der Dicke einer transparenten organischen Schicht auf einer Oberfläche nach dem Oberbegriff des Hauptanspruchs und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

10 Die Kenntnis der Dicke einer transparenten organischen Schicht auf einer beschichteten Oberfläche ist z.B. bei der Produktion von Bandstahl von größter Wichtigkeit, bei der die Metalloberfläche mit einer
15 Beölung versehen wird. Über die Feststellung der Dicke soll sowohl eine vollständige als auch ein gleichmäßig dicke Beölung, die für bestimmte Weiterverarbeitungsschritte unabdingbar ist, garantiert werden, um die in diesem Produktionszweig enormen Reklamationskosten zu vermeiden. Problematisch in diesem Bereich ist dabei, daß die verwendeten Oberflächen zum
20

läßt. Bei rauhen Oberflächen ist jedoch die Licht-
streuung stets eine komplexe Funktion der Wellenlän-
ge. Bei dieser "Ein-Punkt-Kompensation" ist nun nach-
teilig, daß bei dünnen Schichten und somit kleinem
5 Signal der große Einfluß der Streuung des rauhen Un-
tergrundes, der zudem je nach Oberfläche stark unter-
schiedlich ist, nicht mehr genügend kompensiert wer-
den kann, was in vielen Anwendungen zu unakzeptablen
Genauigkeiten führt.

10 Aus der US 5 612 782 ist ein Kalibrationsverfahren
für ein Meßgerät zur Messung von Ölschichten auf Ble-
chen bekannt, das zwei Kalibrationsproben pro Ober-
flächenart verwendet, eine dauerbeölte grobe, die
15 werksmäßig vermessen wird und eine leere Probe des
tatsächlich zu vermessenen Blechs, das jedes Mal zu
beschaffen und vermessen ist. Hierdurch soll der Ein-
fluß der Rauhigkeit des aktuellen Blechs kompensiert
werden. Dieses Verfahren ist umständlich, da neben
20 der Beschaffung der Proben der Meßaufwand groß ist
und trotzdem die Bestimmung der Dicke noch ungenau
ist.

25 Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein
Verfahren zur Bestimmung der Dicke von transparenten
organischen Schichten auf Oberflächen zu schaffen,
das eine Steigerung der Genauigkeit der Dickenbestim-
mung auch bei dünnen Schichten und insbesondere auf
30 rauhen Oberflächen mit unbekannter Rauhigkeit ermög-
licht.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die Merkmale
des Hauptanspruchs gelöst.

35 Durch die in den Unteransprüchen angegebenen Maßnah-
men sind vorteilhafte Weiterbildungen und Verbesse-

Das erfindungsgemäße Verfahren wird unter Verwendung eines Ausführungsbeispiels einer Vorrichtung unter Heranziehung der Zeichnung näher erläutert.

5 Es zeigen

Fig. 1 den prinzipiellen Aufbau einer Vorrichtung zur Bestimmung der Schichtdicke nach dem erfindungsgemäßen Verfahren, und

10

Fig. 2 das Absorptionsspektrum eines aliphatischen Öls neben den Durchlaßkurven zu verwendender Interferenzfilter.

15

In Fig. 1 ist eine Vorrichtung zur Bestimmung der Schichtdicke eines Ölfilms 1 auf einem Stahlblech 2 unbekannter Rauigkeit dargestellt. Eine breitbandige Lichtquelle 3 beleuchtet die beschichtete Oberfläche, wobei die Lichtquelle 3 eine Strahlung enthält, die in dem Ölfilm eine Grundschiwingung der Moleküle anregt. Das Licht durchdringt den Ölfilm 1 und wird an der Metalloberfläche 2 reflektiert und gestreut und durchquert die Ölschicht 1 ein zweites Mal. Das zurückgestrahlte Licht 4 wird von einem Spektrometer 5, das im dargestellten Fall ein Prismenspektrograph ist, eingesammelt, wobei jedoch auch andere Spektrometerprinzipien wie die Filterung des Lichtes mit Bandpaßfiltern Verwendung finden. Zur Vereinfachung der Darstellung werden im folgenden die Wellenlängenbereiche immer durch Filter repräsentiert.

20

25

30

35

Die in den verschiedenen Wellenlängen gemessene zurückgestreute Strahlung 4 wird von dem in dem Spektrometer 5 enthaltenen Empfänger oder Detektor 6 in elektrische Signale umgewandelt, die einer Auswertevorrichtung 7 zugeführt werden. Die Auswertevorrich-

det werden kann. Somit wird das Reflexionsvermögen R2 der mit dem Ölfilm 1 beschichteten Metalloberfläche 2 gewonnen zu

5 $R2 = I_{\lambda 2} / I_{ST2}.$

Da die Schichtdicke nur des Öls 1 bestimmt werden soll, muß der Einfluß der Metalloberfläche 2 ausgeschaltet werden. Dies geschieht dadurch, daß die auf die beschichtete Oberfläche aufgestrahlte und zurückgestreute Strahlung 4 in Wellenlängenbereichen erfaßt wird, die außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs liegen. Dazu sind mindestens zwei Wellenlängenbereiche vorgesehen, die benachbart zu dem Absorptionswellenlängenbereich vorgesehen sind und die kürzere und längere Wellenlängen als die Absorptionswellenlängen umfassen. In Fig. 2 sind die Filterkurven der im Spektrometer 5 verwendeten Interferenzfilter, Filter 1 und Filter 3 dargestellt, wobei das Filter 1 beispielsweise in einem Wellenlängenbereich zwischen 3,25 und 3,34 μm liegt und das Filter 3 etwa zwischen 3,6 und 3,7 μm . Diese Wellenlängen sind vorteilhaft für gesättigte aliphatische Beschichtungen, für Öle anderer chemischer Zusammensetzung verschieben sich die Wellenlängenbereiche entsprechend.

Von dem Detektor 6 werden somit die Intensitäten des zurückgestreuten Lichts 4 im Wellenlängenbereich des Filters 1 und im Wellenlängenbereich des Filters 3 erfaßt und die Auswerteeinheit 7 dividiert diese Intensitäten durch die Intensitäten, die von der an der Standardfläche zurückgestreuten Strahlung in den Wellenlängenbereichen des Filters 1 und des Filters 3 geliefert werden. Somit können die Reflexionsvermögen $R1 = I_{\lambda 1} / I_{ST1}$ und $R3 = I_{\lambda 3} / I_{ST3}$ bestimmt werden. Durch die Bildung der Verhältnisse der Intensitäten der an

Selbstverständlich kann auch die Extinktion E proportional zu $-\ln(I_\lambda/I_{ST})$ anstelle der Berechnungen mit dem Reflexionsvermögen verwendet werden. In dem Falle werden die Extinktionswerte über die Intensitäten in den unterschiedlichen Wellenlängenbereichen bestimmt und aus den Extinktionswerten der beiden äußeren Wellenlängenbereiche, die in Fig. 2 mit Filter 1 und Filter 3 bezeichnet sind, läßt sich der Untergrund, d.h. die Metalloberfläche 2 als Gerade annähern, die sich dann vom Extinktionswert der beschichteten Oberfläche im Absorptionswellenlängenbereich abziehen läßt.

Die Extinktion ist unter Berücksichtigung des Lambert-Beer'schen Gesetzes oder einer seiner Näherungen für dünne Schichten proportional zu der Dicke der durchstrahlten Schicht, so daß die Dicke des Ölfilms 1 aus dem hinsichtlich des Untergrundes kompensierten Extinktionswert bestimmen läßt. Die dazu notwendige Proportionalitätskonstante wird experimentell gefunden und ist dank der erfindungsgemäßen Untergrundkompensation unabhängig von der Rauigkeit der Metalloberfläche.

Die oben angegebenen Berechnungen lassen sich mit unterschiedlichen fotometrischen Größen berechnen, wichtig ist, daß die Extinktion bzw. Absorption der Schicht unter Eliminierung des Untergrundes, d.h. der Metall- oder sonstigen Oberfläche bestimmt wird, aus der über die Proportionalität entsprechend dem Lambert-Beer-Gesetz die Dicke der Schicht berechnet werden kann.

Im Ausführungsbeispiel werden zwei Wellenlängenbereiche außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs verwendet, es können jedoch auch Messung in mehreren

In diesem Fall vereinfacht sich der gesamte Algorithmus der Extinktionsermittlung nach dem Lambert-Beer'schen Gesetz unter Einbeziehung der Untergrundkorrektur zu der Formel: $E = \ln((R1 \times R3) / (R2' \times R2''))$,
5 wobei R1 und R3 die Werte des Reflexionsvermögens der beschichteten Oberfläche ($I_{\lambda 1} / I_{ST1} + I_{\lambda 3} / I_{ST3}$) in den beiden äußeren, außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs liegenden Wellenlängenbereiche sind und R2' und R2'' die Werte des Reflexionsvermögens entsprechend zu den beiden innerhalb des Absorptionswellenlängenbereich liegenden Filterbereichen gehören.
10

Diese Vereinfachung ermöglicht es, auch mit sehr leistungsschwachen und damit preiswerten Mikrocontrollern eine hohe Meß- und Auswerterrate zu erzielen.
15

Das beschriebene Verfahren ist für Öle, Fette, Wachse, Lacke auf unterschiedlichen rauhen Oberflächen, die auch, solange sie keine eigenständigen spektralen Absorptionen aufzeigen, andere als Metall sein können, verwendbar, wenn sie genügend transparent sind.
20

25

30

35

den spektral detektierten Strahlung bestimmt wird.

- 5 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß von den mindestens zwei Wellenlängenbereichen außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs einer bei kürzeren und ein anderer bei längeren Wellenlängen als der Absorptionswellenlängenbereich gewählt wird.
- 10 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als die die unbeschichtete Oberfläche berücksichtigende Funktion ein Polynom mindestens ersten Grades gewählt wird.
- 15 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zur Kompensation des Einflusses der unbeschichteten Oberfläche auf die Schichtdickenbestimmung das gemessene Reflexionsvermögen im Absorptionswellenlängenbereich durch den Wert der Funktion als Reflexionsvermögen in dem Absorptionswellenlängenbereich dividiert wird und daraus anschließend die Extinktion ermittelt wird.
- 20 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zur Kompensation des Einflusses der unbeschichteten Oberfläche auf die Schichtdickenbestimmung der Wert der Funktion als Extinktion in dem Absorptionswellenlängenbereich bestimmt wird und von der im Absorptionswellenlängenbereich gemessenen Extinktion
25 abgezogen wird.
- 30 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß zur spektralen Erfassung vier Bandpaßfilter verwendet werden, von

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Dicke des Ölfilms auf Bandstahl bestimmt wird.
- 5 13. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 12 mit einer Strahlungsquelle, einer Filteranordnung, einer Empfängeranordnung und einer Auswerteeinheit, wobei die Filteranordnung mindestens ein Interferenzfilter zum Überdecken des Absorptionswellenlängenbereichs und mindestens zwei Interferenzfilter zum Überdecken von Wellenlängenbereichen benachbart zu dem Absorptionswellenlängenbereich aufweist.
- 10 14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Filteranordnung durch ein rotierendes Rad mit Interferenzfiltern realisiert ist.
- 15 15. Vorrichtung nach Anspruch 13 und Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Strahlungsquelle breitbandig ist.
- 20
-

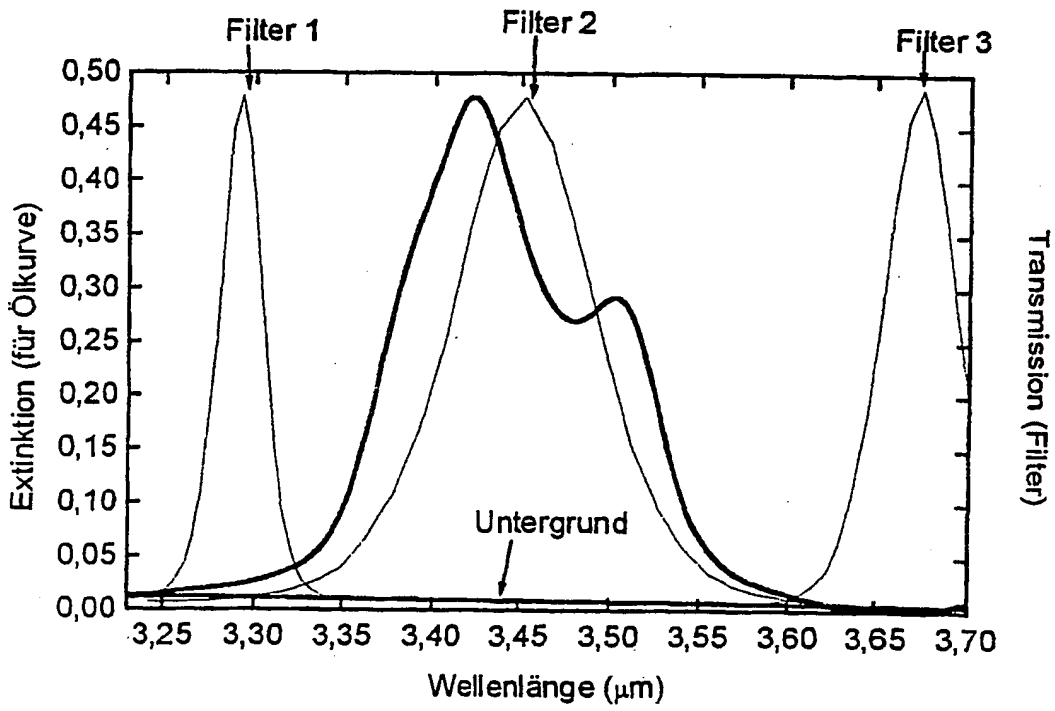


Fig. 2

C. (Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 012, no. 090 (P-679), 24 March 1988 (1988-03-24) & JP 62 223610 A (SUMITOMO METAL IND LTD), 1 October 1987 (1987-10-01) abstract	13, 15

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 7 G01B11/06 G01N21/27

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 IPK 7 G01B G01N

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X Y A	WO 94 12865 A (THIOLCORP) 9. Juni 1994 (1994-06-09) das ganze Dokument	1-6, 9-13, 15 14 7, 8
X	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 009, no. 133 (P-362), 8. Juni 1985 (1985-06-08) & JP 60 017304 A (MITSUBISHI JUKOGYO KK), 29. Januar 1985 (1985-01-29)	13, 15
Y	Zusammenfassung	14
X	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 058 (P-1311), 13. Februar 1992 (1992-02-13) & JP 03 255937 A (NKK CORP), 14. November 1991 (1991-11-14)	13, 14
Y	Zusammenfassung	14
	-/-	

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

29. August 2001

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

10/09/2001

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
 Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Beyfuß, M

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9412865 A	09-06-1994	US 5406082 A AU 5729394 A CA 2150108 A	11-04-1995 22-06-1994 09-06-1994
JP 60017304 A	29-01-1985	KEINE	
JP 03255937 A	14-11-1991	JP 2943215 B	30-08-1999
JP 62223610 A	01-10-1987	KEINE	